

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11241099 A**

(43) Date of publication of application: 07 . 09 . 99

(51) Int. Cl

C11D 17/06(21) Application number: **10083529**(22) Date of filing: **30 . 03 . 98**(30) Priority: **25 . 12 . 97 JP 09356765**(71) Applicant: **KAO CORP**(72) Inventor:
**OHORI KOICHI
KURODA SHIGERU
KOMATSU YOSHIYUKI
IWAMA TOSHIHIRO****(54) PREPARATION OF COATED PARTICLES****(57) Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain coated particles with suppressed dusting by preparing a coating fluid in which a thermoplastic, water-soluble coating agent and a plasticizer are melted and dispersed uniformly, added to particles under agitation and tumbling to coat the particle surface, followed by cooling.

SOLUTION: The coating fluid is prepd. by melting and mixing 100 pts.wt. of a thermoplastic, water-soluble coating agent and 1-50 pts.wt. of a plasticizer such as glycerin at a temp. of the m.p. to 100°C. The fluid for

coating in an amt. of 0.5-20 pts.wt. is then spray-supplied under agitation and tumbling onto 100 pts.wt. of particles comprising an enzyme or a bleaching-active agent to coat the particle surface. Then the coated particles are cooled to decrease tackiness and transported via a vibration belt, etc. Pigmented particles are coated in the same manner. As the thermoplastic, water-soluble coating agent, those having a m.p. or softening point of 35-80°C are preferable. A polyethylene glycol, etc., are used as the water-soluble polymer, and a polyoxyethylene alkyl ether, etc., as the nonionic surfactant.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-241099

(43)公開日 平成11年(1999) 9月 7日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 1 1 D 17/06

C 1 1 D 17/06

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

| | | | |
|-------------|-------------------|---------|--|
| (21)出願番号 | 特願平10-83529 | (71)出願人 | 000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号 |
| (22)出願日 | 平成10年(1998) 3月30日 | (72)発明者 | 大堀 浩一 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研 究所内 |
| (31)優先権主張番号 | 特願平9-356765 | (72)発明者 | 黒田 茂 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研 究所内 |
| (32)優先日 | 平 9 (1997)12月25日 | (72)発明者 | 小松 義由己 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研 究所内 |
| (33)優先権主張国 | 日本 (J P) | (74)代理人 | 弁理士 古谷 馨 (外3名) 最終頁に続く |

(54)【発明の名称】 被覆粒子の製造方法

(57)【要約】

【課題】 実質的に乾燥操作を伴うことなく、発塵が抑制された被覆粒子を製造する方法を提供する。

【解決手段】 熱可塑性水溶性被覆剤及び該被覆剤に対して5～50重量部の可塑剤を均一に分散させ被覆用流体を調製する工程(a)、工程(a)で得た被覆用流体を粒子表面に被覆する工程(b)及び工程(b)で得た被覆粒子を冷却する工程(c)を有する被覆粒子の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性水溶性被覆剤と可塑剤により被覆された被覆粒子の製造方法であって、以下の工程

(a)、(b)、(c)を含むことを特徴とする被覆粒子の製造方法。

工程(a)：熱可塑性水溶性被覆剤と該被覆剤100重量部に対して1～50重量部の可塑剤を溶解させて均一に分散させた被覆用流体を調製する工程

工程(b)：工程(a)で得た被覆用流体を攪拌転動状態にある粒子に添加し、粒子表面を被覆する工程

工程(c)：工程(b)で得た被覆粒子を冷却する工程

【請求項2】 可塑剤がグリセリンである請求項1記載の被覆粒子の製造方法。

【請求項3】 染料により着色された着色粒子の製造方法であって、以下の工程(a)'、(b)'、(c)'を含むことを特徴とする着色粒子の製造方法。

工程(a)'：染料、熱可塑性水溶性被覆剤及び該被覆剤100重量部に対して1～50重量部の極性溶媒を均一に分散させ被覆用流体を調製する工程

工程(b)'：工程(a)'で得た被覆用流体を粒子表面に被覆する工程

工程(c)'：工程(b)'で得た被覆粒子を冷却する工程

【請求項4】 極性溶媒が、グリセリン及び／又は水である請求項3記載の着色粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は粒子の被覆方法に関し、より詳しくは、発塵が抑制された被覆粒子や着色被覆粒子を得る方法に関する。

【0002】

【従来の技術】各種粒子は、粉塵の発生を抑制するため、保存安定性を向上させるため、表面物性を改善するため等、様々な目的で表面の被覆処理が行われる。その中でも、粉塵の発生抑制は、酵素、薬剤、農薬等アレルギー性のある物質を含有する粒子においては、その取り扱い上重要なことである。発塵を抑制することを目的とした被覆方法としては、例えば特開昭50-71583号公報等が挙げられる。すなわち、特開昭50-71583号公報には、高分子フィルム形成性の水溶性又は水分散性の被覆剤と可塑剤としてグリセリンを含む被覆用水溶液を、流動層で粒子表面に噴霧することにより、発塵性の低い被覆粒子を製造する方法が開示されている。しかしながら、この方法を用いる場合、水溶液中の被覆剤濃度は一般的に5～10%程度であり、被覆剤を必要量粒子表面に被覆するには多量の水分が持ち込まれるため、乾燥操作が必要であり、ユーティリティコストがかかる。また、設備的には、処理能力に対して比較的大きな場所を占める流動層が必要であり、付帯設備として温風発生装置等が必要となるので高価な設備となる。操作

面では、水溶液を大量に噴霧すると粒子の凝集等が生じるため、必要量を噴霧するのに時間がかかり、また、粒子表面の水分を十分除去するために噴霧終了後更に乾燥時間が必要であり、被覆に要する時間が長い。更にこの方法は、水に対する溶解性の高い粒子あるいは水の影響を受ける粒子には適さない。

【0003】また、例えば数種の粒子を配合してなる洗剤組成物において特定種の粒子を強調するために、その粒子に美しい外観を付与するべく粒子を着色することが行われている。従来、着色粒子を製造する方法として、特開平2-258872号公報、特開平9-13089号公報等のものがある。即ち、特開平2-258872号公報には、押出造粒物に色素と水溶性水和性物質を含む水溶液を噴霧して漂白活性剤押出物を着色する方法が開示されている。しかしながら、色素を含む水溶液を造粒物表面に噴霧する場合、均一に着色するために多量の水分が必要となり、後工程として乾燥操作が必要となる。さらに、この方法は、水に対する溶解性の高い粒子あるいは水の影響を受ける粒子には適しない。特開平9-13089号には、液体状の結合剤の存在下に、色素及び／または顔料を粉状の漂白活性化剤に添加し、造粒することにより造粒物内部に分散させて、無水条件下で着色造粒物を製造する方法を開示している。しかしながら、この方法は、色素等を造粒物内部に分散させるため、上記特開平2-258872号公報の方法にて得られる着色粒子と同等の色調を得るためには、色素を増量する必要がある。

【0004】

【発明が解決しようする課題】従って、本発明の目的は、実質的に乾燥操作を伴うことなく、粒子表面を被覆し粉塵の発生が抑制された被覆粒子の製造方法を提供することにあり、更にかかる粒子に着色を施す方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、熱可塑性水溶性被覆剤と可塑剤により被覆された被覆粒子の製造方法であって、以下の工程(a)、(b)、(c)を含むことを特徴とする被覆粒子の製造方法を提供するものである。

工程(a)：熱可塑性水溶性被覆剤と該被覆剤100重量部に対して1～50重量部の可塑剤を溶解させて均一に分散させた被覆用流体を調製する工程

工程(b)：工程(a)で得た被覆用流体を攪拌転動状態にある粒子に添加し、粒子表面を被覆する工程

工程(c)：工程(b)で得た被覆粒子を冷却する工程

【0006】また、本発明は、染料により着色された着色粒子の製造方法であって、以下の工程(a)'、(b)'、(c)'を含むことを特徴とする着色粒子の製造方法を提供するものである。

工程(a)′:染料、熱可塑性水溶性被覆剤及び該被覆剤100重量部に対して1~50重量部の極性溶媒を均一に分散させ被覆用流体を調製する工程

工程(b)′:工程(a)′で得た被覆用流体を粒子表面に被覆する工程

工程(c)′:工程(b)′で得た被覆粒子を冷却する工程

【0007】

【発明の実施の形態】まず、本発明の被覆粒子の製造方法に用いられる成分を説明する。

1) 粒子

本発明に用いられる粒子は、特に限定されず、例えば、漂白剤、漂白助剤、洗剤粒子、界面活性剤、香料、酵素等の単体またはこれらを含む複合化された造粒物であり、これらの粒子は、公知の技術で得られるものであり、例えば、噴霧乾燥、転動造粒、押出造粒、粉碎等の方法にて得られるものである。

【0008】本発明に好適に用いられる粒子は、酵素または漂白活性化剤を含有するものである。本発明に用いられる酵素としては特に限定されないが、例えば、ハイドロラーゼ類、オキシドレダクターゼ類、リアーゼ類、トランスフェラーゼ類及びイソメラーゼ類が挙げられ、特に好ましくはセルラーゼ、プロテアーゼ、リパーゼ、アミラーゼ、プルランナーゼ、エステラーゼ、ヘミセルラーゼ、パーオキシターゼ、フェノールオキシターゼ、プロトペクチナーゼ及びペクチナーゼ等が挙げられる。また、本発明に用いられる漂白活性化剤としては特に限定されないが、テトラアセチルエチレンジアミン、ペンタアセチルグルコース、ドデカノイルオキシベンゼンスルホン酸ナトリウム等、例えば特開平8-3593に記載のもの等が挙げられる。

【0009】2) 熱可塑性水溶性被覆剤

本発明に用いられる熱可塑性水溶性被覆剤は、特に限定されず、かかる被覆剤としては、例えば水溶性高分子、非イオン界面活性剤等が挙げられる。水溶性高分子としては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等が挙げられる。非イオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンフェノールエーテル等が挙げられる。これらの熱可塑性水溶性被覆剤は、1種でも、2種以上を組み合わせてもよい。

【0010】熱可塑性水溶性被覆剤の使用量は、被覆する粒子100重量部に対して0.5~20重量部が好ましく、1~10重量部がさらに好ましい。

【0011】また、本発明に用いられる熱可塑性水溶性被覆剤は、その融点又は軟化点が35~80℃のものが好ましく、45~70℃のものがより好ましく、50~65℃のものが特に好ましい。保存時に、バインダーの熔融もしくは軟化により物性劣化が起こらないために融点又は軟化点は35℃以上のものが好ましく、被覆され

る粒子の熱劣化を押さえる観点から80℃以下のものが好ましい。

【0012】なお、ここでいう融点は、日本工業規格JIS-K0064(1192)記載の融点測定法で測定した値を示す。また、軟化点も上記JIS-K0064(1192)記載の融点測定法で測定した値を示す。

【0013】3) 可塑剤

本発明に用いられる可塑剤は、熱可塑性水溶性被覆剤に塑性を付与し得るものであれば特に限定されないが、例えば、グリセリン、グリコール類、アルコール、石鹼、ペトリオール、水等が挙げられる。中でも、発塵性低減効果、操作性、コスト、安全性等の観点からグリセリンが特に好ましい。これらの可塑剤は1種でも2種以上組み合わせ使用してもよい。可塑剤は、熱可塑性水溶性被覆剤100重量部に対して1~50重量部、好ましくは5~30重量部の割合で用いられる。

【0014】上記成分を用いて、本発明の製造方法により被覆粒子を製造する。以下、本発明の製造方法について、工程毎に説明する。

【0015】工程(a):被覆用流体調製工程

この工程は、熱可塑性水溶性被覆剤及び可塑剤を均一に混合し、被覆流体を調製する工程である。

【0016】本工程で用いられる混合機としては、温度調整用のジャケット又はコイルを有する攪拌翼を備えた混合機であればよく、一般的な混合機が使用できる。

【0017】また、本工程において各成分を混合する順序としては特に限定されず、任意に行うことができる。更に、各成分は、液体状、固体状、粉末状のいずれでもよく、最終的に均一に混合された流体、好ましくは液体となればよい。

【0018】混合時の温度としては、熱可塑性水溶性被覆剤の融点以上であって、100℃以下であることが好ましく、90℃以下であることがさらに好ましい。この範囲において、良好な混合状態の被覆用流体を得られる傾向にある。

【0019】工程(b):被覆工程

被覆工程は、工程(a)において得られる被覆用流体で粒子表面を被覆する工程である。

【0020】被覆方法としては、工程(a)で得られる被覆用流体で粒子表面を被覆できれば、如何なる方法でもよいが、被覆用流体の粘度が比較的高いことから、粒子を攪拌転動させながら被覆用流体を噴霧供給することが好ましい。

【0021】被覆用流体の使用量は任意であるが、好ましくは被覆される粒子100重量部に対して0.5~20重量部であり、より好ましくは1~10重量部である。この範囲において、良好な着色粒子を得られる傾向にあり好適である。

【0022】この工程に用いられる攪拌転動装置としては、ヘンシェルミキサー(三井三池化工機(株))、ハ

イスピードミキサー（深江工業（株））、レディゲミキサー（レディゲ社）等が挙げられる。

【0023】工程（c）：冷却工程

冷却工程は、工程（b）において得られる被覆粒子を冷却する工程である。冷却により、被覆粒子の粘着性が下がり、粒子強度が上がるため、製品同士の合一、輸送中の変形を防ぐことができる。この工程で使用できる装置としては振動コンベア、流動層等が挙げられるが、工程（b）の被覆工程に例えばハイスピードミキサーのような攪拌転動装置を用いた場合は、ジャケット温度の切替えによっても行うことができる。冷却条件としては、熱可塑性水溶性被覆剤の融点以下に冷却することが好ましく、さらには粒子が熱劣化を生じない温度以下まで冷却することが好ましい。

【0024】次に、本発明の着色粒子の製造方法に用いられる成分について説明するが、粒子と熱可塑性水溶性被覆剤については上記と同様であるので、それ以外の成分について説明する。

【0025】4）染料

本発明に用いられる染料としては、特に限定されず、一般的に用いられるものが使用できるが、例えば、アゾ染料、アントラキノン染料、インジゴイド染料、フタロシアニン染料、カルボニウム染料等が挙げられる。なお、本発明で得られる着色粒子を、例えば洗剤組成物に用いる際に要求される衣類への非染色性を付与する場合には、上述の中でもアニオン性を呈する染料を使用することが好ましく、より好ましくはアントラキノン染料、カルボニウム染料（その中でもトリフェニルメタン染料、トリアリールメタン染料が好ましい）が好ましい。また、上記染料は、1種でも2種以上を組み合わせ使用してもよい。

【0026】染料の使用量は、着色する粒子100重量部に対し、好ましくは0.001～1重量部、より好ましくは0.01～0.1重量部である。この範囲において、良好な発色性を呈し、着色粒子の色移りのない粒子を得られ、好適である。

【0027】5）極性溶媒

本発明に用いられる極性溶媒としては、特に限定されず、一般的なものが使用できるが、その中でも、水、グリセリン、グリコール、アルコールが好ましく、操作性、安全性の面から、水又はグリセリンが特に好ましい。これらの極性溶媒は、1種でも2種以上組み合わせ使用してもよい。また、極性溶媒の添加量は、熱可塑性水溶性被覆剤100重量部に対して1～50重量部であり、5～30重量部が好ましい。この範囲において、均一な着色が発現し得る傾向にある。

【0028】上記成分を用いて、本発明の製造方法により着色粒子を製造する方法について説明すると、工程（a）'の被覆用流体調製工程は、染料、熱可塑性水溶性被覆剤及び極性溶媒を均一に分散させて被覆流体を調

製する工程である。本工程で用いられる混合機は前記工程（a）で例示したものが使用できる。また、本工程において各成分を混合する順序としては特に限定されないが、例えば、①極性溶媒に染料を添加溶解させた後、熱可塑性水溶性被覆剤に添加し分散混合する。②熱可塑性水溶性被覆剤に極性溶媒を添加混合した後、染料を添加し分散混合する。③熱可塑性水溶性被覆剤に染料を添加混合した後、極性溶媒を添加し分散混合する。④染料、熱可塑性水溶性被覆剤、極性溶媒全てを同時に添加して分散し混合することが考えられる。上述のいずれの方法でも、可能であるが、上記①の方法が、染料を極性溶媒に溶解し易くする観点から、好ましい。また、熱可塑性水溶性被覆剤は必ず溶解して添加する必要はなく、粉末状で添加して最終的に溶解させてもよい。従って、混合時の温度としては、熱可塑性水溶性被覆剤の融点以上であって、100℃以下であることが好ましく、90℃以下であることがさらに好ましい。この範囲において、良好な混合状態の被覆用流体を得られる傾向にある。なお、工程（b）'と工程（c）'は、前記した被覆方法と同様であるので、再述を省く。

【0029】本発明の被覆粒子の製造方法の一例を詳述すると、熱可塑性水溶性被覆剤である平均分子量1,000～20,000のポリエチレングリコールと、被覆剤100重量部に対して1～50重量部、好ましくは5～30重量部の可塑剤であるグリセリン、水、もしくはグリセリンと水との混合物とを混合し、ポリエチレングリコールの融点以上に加熱してポリエチレングリコールを溶解させ、可塑剤を均一に分散させ被覆用流体を調製する〔工程（a）〕。粒子を着色する場合は予め染料も仕込んでおく。次いで、該被覆用流体を、好ましくは前記ポリエチレングリコールの融点以上の温度で、攪拌転動状態にある酵素、漂白活性化剤などの粒子に添加し、粒子表面を均一に被覆する〔工程（b）〕。次いで、前記ポリエチレングリコールの融点以下に被覆粒子を冷却して目的とする被覆粒子を得る〔工程（b）〕。この冷却により被覆用流体が固化して皮膜が形成される。

【0030】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0031】実施例1

被覆する粒子として、洗剤用酵素造粒物を使用した。造粒物の製造方法は、以下に示す通りである。

【0032】＜原料＞

酵素粉末

微生物寄託番号が微工研菌寄第11418号のバチルス（*Bacillus*）属に属する菌より培養採取されたアルカリプロテアーゼの水溶液に、ドデシル硫酸ナトリウムと芒硝（硫酸ナトリウム）を添加して、並流式噴霧乾燥機で乾燥して得た平均粒子径50μmの粉末を用いた。ドデシル硫酸ナトリウムと芒硝の量は、乾燥品に対して夫々2

重量%と23重量%である。また、乾燥品には培地由来の糖分が48重量%含まれている。乾燥酵素粉末の酵素活性は63APU/gであった。

【0033】核物質

平均粒子径が610 μ mで、500 μ m以下の粒子が11%、700 μ m以上の粒子が9%の塩化ナトリウムを用いた。

【0034】バインダー

ポリエチレングリコール（花王（株）：KPEG6000（分子量6000））を用いた。

【0035】＜配合＞酵素粉末20重量%、核物質50重量%、芒硝10重量%、酸化チタン10重量%、バインダー10重量%。

【0036】＜造粒操作＞攪拌転動装置（深江工業

（株）：ハイスピードミキサーFS-10型）に上記原料（合計6kg）を全て投入し、ジャケットに85℃の温水を流しながら、攪拌翼先端速度を5m/秒で混合攪拌した。内容物の温度が65℃迄上昇した時、ミキサーから排出し、直ちに流動層に移して30℃になる迄冷却した。得られた造粒物を篩にかけ、350～1000 μ mの粒子を被覆する粒子として用いた。

【0037】工程（a）：可塑剤にグリセリン、熱可塑性水溶性被覆剤にポリエチレングリコール（花王（株）：KPEG6000（分子量6000））を使用して、以下の操作を行った。70℃で熔融状態にあるポリエチレングリコール100gにグリセリン10gを添加し攪拌分散させ、被覆用流体を得た。この被覆用流体を固化させないように70℃に保った。

【0038】工程（b）：攪拌転動装置（深江工業

（株）：ハイスピードミキサーLFS-GS-2J型）に酵素粒子を490g仕込み、アジテーター回転数520rpm、チョッパー回転数1660rpm、ジャケット温度60℃に設定して、品温が60℃になるまで昇温*

$$\text{活性蛋白量}(\mu\text{R}/50\text{R}) = \frac{[a \times (1/10) \times \text{希釈率} \times \Delta OD]}{200} \times 1000 \times 5$$

【0044】ここで、aは検量線の傾き、 ΔOD はプランクとの吸光度差であり、比活性を200APU/mgと仮定した。

【0045】実施例2

工程（a）において、可塑剤に水を使用した以外は、実施例1と同様な操作で粒子の被覆を行い、同様の評価を行った。結果を表1に示す。

【0046】実施例3

工程（a）において、可塑剤に水とグリセリンの混合溶※

*した。次いで、工程（a）で調製した被覆用流体11.25gを1分間で添加し、その後9分間攪拌転動して粒子の被覆を行った。

【0039】工程（c）：粒子表面の被覆終了後、ジャケットの温水を水道水に切替え、45℃まで冷却し装置より抜き出した。

【0040】〔評価〕得られた被覆粒子から発生する粉塵量と粉塵中の活性酵素量を下記の方法で測定した。結果は表1に示すように、粉塵量も粉塵中の活性酵素量も非常に低い値であった。

【0041】＜粉塵量の測定＞エルトリエーション法により行った。即ち、管径34.5mm、管長2000mmのガラス管の下部に仕切フィルターを介してサンプル60gを仕込み、下部から空気を1.3m/sの流速で供給して粒子を流動化させ、40分間に捕捉フィルターに捕収された粉塵量を定量した。

【0042】＜粉塵中の活性酵素量の測定＞アンソン-ヘモグロビン法により測定した。即ち、0.5mlのヘモグロビン基質と0.15mlの2mM-塩化カルシウム溶液を混合し、30℃で5分間インキュベートした。次いで、エルトリエーション法で得られた粉塵を生理食塩水5mlに溶解したサンプルを100 μ l添加し、30℃で10分間反応させた後、5%トリクロロ酢酸水溶液を1.25ml加え反応を停止させた。反応終了液を遠心分離して上澄み0.5mlを分取した。アルカリ性銅溶液2.5mlを添加し40℃で10分間攪拌した後、フェノール試薬を0.25ml添加して40℃で20分間攪拌混合して発色させた。得られた発色液の660nmにおける吸光度を測定し、以下の換算式を用いて粉塵中の活性蛋白量を計算した。

【0043】

【数1】

※液（水：グリセリン＝1：4、重量比）を使用した以外は、実施例1と同様な操作で粒子の被覆を行い、同様の評価を行った。結果を表1に示す。

40 【0047】比較例1

工程（a）において、可塑剤を用いずに被覆用流体を調製した以外は、実施例1と同様な操作で粒子の被覆を行い、同様の評価を行った。結果を表1に示す。

【0048】

【表1】

| | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 比較例1 |
|---------------------------|----------|----------|----------|----------|
| 粒 子 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 |
| 水溶性被覆剤 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 |
| 可塑剤 | グリセリン | 水 | グリセリン+水 | なし |
| 粉塵量 (mg/60g) | 0.6 | 15 | 4 | 50 |
| 粉塵中の 活性蛋白量 (μg/60g) | 0.7 | 10 | 3.1 | 66 |

【0049】実施例4

着色する粒子として、洗剤用酵素造粒物を使用した。造粒物の製造方法は、以下に示す通りである。

【0050】＜原料＞

酵素粉末

微生物寄託番号が微工研菌寄第1138号のバチルス(Bacillus)属に属する菌より培養採取されたアルカリセルラーゼの水溶液に塩化カルシウムと芒硝を添加して、並流式噴霧乾燥機で乾燥して得た平均粒子径50μmの粉末を用いた。塩化カルシウムと芒硝の量は、乾燥品に対して夫々0.5重量%と4.8重量%である。

【0051】核物質

平均粒子径が610μmで、500μm以下の粒子が11%、700μm以上の粒子が9%の塩化ナトリウムを用いた。

【0052】バインダー

ポリエチレングリコール(花王(株):KPEG6000(分子量6000))を用いた。

【0053】＜配合＞酵素粉末3.5重量%、核物質4.5重量%、バインダー1.5重量%、酸化チタン5重量%。

【0054】＜造粒操作＞攪拌転動装置(深江工業(株):ハイスピードミキサーFS-10型)に上記原料(合計6kg)を全て投入し、ジャケットに85℃の温水を流しながら、攪拌翼先端速度を5m/秒で混合攪拌した。内容物の温度が65℃迄上昇した時、ミキサーから排出し、直ちに流動層に移して30℃になる迄冷却した。

【0055】得られた造粒物を篩にかけ、350~1000μmの粒子を着色する粒子として用いた。

【0056】工程(a):極性溶媒に水、染料にトリフェニルメタン染料(保土ヶ谷化学(株):青色1号)、熱可塑性水溶性被覆剤にポリエチレングリコール(花王(株):KPEG6000(分子量6000))を使用して、以下の操作を行った。水10gに、トリフェニルメタン染料2.5gを添加して混合溶解した。次いでこの水溶液を70℃で熔融させたポリエチレングリコール100gに添加し攪拌分散させ、被覆用流体を固化しないように70℃に保った。

【0057】工程(b):攪拌転動装置(深江工業(株):ハイスピードミキサーLFS-GS-2J型)*50

*に酵素粒子を490g仕込み、主軸回転数520rpm、解砕羽根回転数1660rpm、ジャケット温度60℃に設定して、品温が60℃になるまで昇温した。次いで、工程(a)で調製した被覆用流体11.25gを1分間で添加し、その後9分間攪拌転動して粒子の被覆を行った。

【0058】工程(c):粒子の被覆終了後、ジャケットの温水を水道水に切替え、45℃まで冷却し装置より抜き出した。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

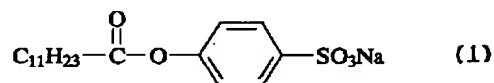
【0059】実施例5

着色する粒子として、漂白活性化剤造粒物を使用した。造粒物の製造方法は以下に示す通りである。

下記式(1)

【0060】

【化1】



【0061】で表わされる漂白活性化剤を2.7kg、ポリエチレングリコール(花王(株):KPEG6000(分子量6000))を0.6kg、アルキル硫酸ソーダ(花王(株):エマール10P(アルキル基の炭素数12))を1.7kg、合計5kgを攪拌転動装置(深江工業(株):ハイスピードミキサーFS-GC-10型)に仕込み、ジャケット温度を80℃、主軸回転数200rpm、解砕羽根の回転数1500rpmで混合・昇温し、粉体の温度が70℃になった時点で混合物を抜き出した。

【0062】次いで、得られた混合物を押出造粒機(不二パウダル(株):ペレッタダブルEXD-100型)により、孔径800μmのスクリーンを通して押し出して圧密化した。得られた押出物を振動冷却機(不二パウダル(株):パイプロ/フロードライヤーVDF/6000型)で冷却した後、整粒機(不二パウダル(株):ナイフカッターFL-200型)にて解砕した。得られた解砕物を分級機(株)ダルトン:円型振動篩502型)により分級し、粒子径350~1400μm(重量平均粒子径900μm)のものを漂白活性化剤造粒物製

品とした。

【0063】工程(a)～(c)の操作は、工程(a)において極性溶媒にグリセリンを用いた以外は実施例4と同様な操作を行った。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0064】実施例6

工程(a)において、極性溶媒にグリセリンを用いたこと以外は、実施例4と同様な操作で着色を行った。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0065】実施例7

工程(a)において、極性溶媒に水とグリセリン水溶液を用いたこと以外は、実施例4と同様な操作で着色を行った(水:グリセリン=1:4)。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0066】実施例8

工程(a)において、染料にアントラキノン染料(三井*

*東圧(株): Acid Blue 112)を用いたことと、極性溶媒にグリセリンを用いた以外は、実施例4と同様な操作で着色を行った。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0067】実施例9

工程(a)において、染料にフタロシアニン染料(日本化薬(株): KayacionTurquoise E-Na)を用いたことと、極性溶媒にグリセリンを用いた以外は、実施例4と同様な操作で着色を行った。得られた粒子は、均一かつ鮮やかな青色を呈する着色粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0068】比較例2

工程(a)において、極性溶媒を用いなかった以外は、実施例4と同様な操作で着色を行った。得られた粒子は、不均一で殆ど着色されていない粒子であった。また、実施例1と同じ方法で粉塵量の測定を行った。結果を表2に示す。

【0069】

【表2】

| | 実施例4 | 実施例5 | 実施例6 | 実施例7 | 実施例8 | 実施例9 | 比較例2 |
|-----------------|----------|-----------|----------|----------|---------------|-------------------------|----------|
| 粒 子 | 酵素造粒物 | 漂白活性化剤造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 | 酵素造粒物 |
| 染 料 | 青色1号 | 青色1号 | 青色1号 | 青色1号 | Acid Blue 112 | Kayacion Turquoise E-Na | 青色1号 |
| 水溶性被覆剤 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 | KPEG6000 |
| 極性溶媒 | 水 | グリセリン | グリセリン | 水+グリセリン | グリセリン | グリセリン | なし |
| 着色粒子外観 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 不良 |
| 粉塵量 (mg/60g) | 14 | 1.0 | 0.8 | 3.8 | 0.7 | 1.0 | 76 |

【0070】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、実質的に乾燥を行うことなく、発塵が抑制された被覆粒子や着色被覆粒子を得ることができる。特に着色粒子の場合は、均※

※一かつ鮮明な着色粒子を得ることができる。また、被覆操作に水を殆ど使用しないため、粒子中の有効成分を失活させることなく被覆粒子もしくは着色粒子を得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 岩間 俊浩

茨城県鹿島郡神栖町東深芝20 花王株式会社
社研究所内